

⑤

Int. Cl. 2:

C 08 J 9/14

⑯ BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

DE 26 57 943 A 1

⑪

# Offenlegungsschrift 26 57 943

⑫

Aktenzeichen: P 26 57 943.1

⑬

Anmeldetag: 21. 12. 76

⑭

Offenlegungstag: 22. 6. 78

⑳

Unionspriorität:

㉔ ㉕ ㉖

⑤④

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von offenporigen polymeren Materialien

⑦①

Anmelder: Vsesojuznyj nauchno-issledovatel'skij institut sinteticheskich smol, Wladimir (Sowjetunion)

⑦④

Vertreter: Schiff, K.L.; Föner, A.v., Dr.; Strehl, P., Dipl.-Ing.; Schübel-Hopf, U., Dr.; Ebbinghaus, D., Dipl.-Ing.; Pat.-Anwälte, 8000 München

⑦②

Erfinder: Larionov, Anatolij Ivanovitsch; Kulikov, Jurij Andrejevitsch; Wladimir; Zetkova, Nina Petrovna, Orechowo-Suewo Moskovskoj oblasti; Rytschagova, Klavdia Alexandrovna, Wladimir (Sowjetunion)

⑤⑤

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DE-AS 13 00 233

DE-OS 23 03 750

DE-OS 21 42 993

DE-OS 15 04 787

US 37 84 490

DE 26 57 943 A 1

## PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Herstellung von offenporigen polymeren Materialien durch Pressen eines pulverförmigen thermoplastischen Polymers bei einem Druck von 10 bis 250  $\text{kp/cm}^2$ , dadurch gekennzeichnet, daß man das Pressen des thermoplastischen Polymers in Gegenwart einer in einer Menge von 5 bis 30 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteile des thermoplastischen Polymers genommenen organischen polaren Flüssigkeit, deren Siedepunkt 5 bis 20°C über dem Erweichungspunkt des thermoplastischen Polymers liegt, durchführt unter anschließender Wärmebehandlung der erhaltenen Masse beim Erweichungspunkt des thermoplastischen Polymers mit einer Durchwärmungsgeschwindigkeit der Masse von 20 bis 190°C/min.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß nach der Wärmebehandlung das erhaltene Material mit Wasser gewaschen wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1-2, dadurch gekennzeichnet, daß das Pressen des pulverförmigen thermoplastischen Polymers auch in Gegenwart von Kaliumhydrogenkarbonat, genommen in einer Menge von 1 bis 600 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteile des thermoplastischen Polymers, durchgeführt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1-3, dadurch gekennzeichnet, daß man die organische polare Flüssigkeit in einer Menge von 10 bis 20 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteile des thermo-

2657943

- ~~34~~ -  
2

plastischen Polymers nimmt.

5. Verfahren nach Anspruch 1-4, dadurch gekennzeichnet, daß die Wärmebehandlung der erhaltenen Masse beim Erweichungspunkt des thermoplastischen Polymers mit einer Durchwärmungsgeschwindigkeit von 30 bis 80°C/min durchgeführt wird.

6. Verfahren nach Anspruch 1-5, dadurch gekennzeichnet, das man als organische polare Flüssigkeit Dimethylformamid verwendet.

7. Verfahren nach Anspruch 1-5, dadurch gekennzeichnet, das man als organische polare Flüssigkeit ein-, zwei-, dreiwertige Alkohole, Ketone und chlorierte Kohlenwasserstoffe, individuell oder in Kombination miteinander genommen, verwendet.

8. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, das man das Kaliumhydrogenkarbonat in einer Menge von 200 bis 400 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteile des thermoplastischen Polymers verwendet.

809825/0533

PATENTANWÄLTE

SCHIFF v. FÜNER STREHL SCHÜBEL-HOPF EBBINGHAUS

3 -

2657943

MARIAHILFPLATZ 2 & 3, MÜNCHEN 90

POSTADRESSE: POSTFACH 95 0160, D-8000 MÜNCHEN 95

Wsesojusnyj Nautschno-Issledowatelskij  
Institut Sintetitscheskich smol

KARL LUDWIG SCHIFF  
DIPL. CHEM. DR. ALEXANDER v. FÜNER  
DIPL. ING. PETER STREHL  
DIPL. CHEM. DR. URSULA SCHÜBEL-HOPF  
DIPL. ING. DIETER EBBINGHAUS

TELEFON (089) 482054  
TELEX 5-23565 AURO D  
TELEGRAMME AUROMARCPAT MÜNCHEN

DA-17626

21. Dezember 1976

# VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON OFFENPORIGEN POLYMEREN MATERIALIEN

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf Verfahren zur Herstellung von offenporigen polymeren Materialien.

Die genannten offenporigen polymeren Materialien finden breite Verwendung in verschiedenen Bereichen der Industrie und Technik.

So werden sie, beispielsweise als gasdurchlässiges Isolier- und Konstruktionsmaterial, in der Elektro- und Radiotechnik, im Schiffbau, der Kraftfahrzeug- und Flugzeugindustrie im Maschinenbau verwendet. Von großem Interesse sind solche Materialien als pneumatische Geräuschkämpfer im Maschinenbau. Die Elemente des Dämpfers, beispielsweise aus porigem Polyäthylen, sind besonders wirksam hinsichtlich der Geräuschkämpfung. Sie sind kompakt, betriebssicher und billig in der Herstellung.

Die porigen Polyäthylenelemente können als Druckmischer bei der Reinigung von Abwässern sowie zur Belüftung von Wasserbecken, Seen und Flüssen zum zeitweiligen Ausgleich der Sauer-

809825/0533

stoffverluste verwendet werden.

Granulat aus porigem Polyäthylen kann als Träger von flüssigem Extraktionsmittel bei flüssigen Extraktion von Metallen aus Trüben mit Extraktionsmittel verwendet werden.

Eine besonders breite Verwendung finden die offenporigen polymeren Materialien in Form von Filtern für Gase und verschiedene Flüssigkeiten, darunter auch aggressive.

Es werden gegenwärtig an die Materialien für Filter immer höhere Forderungen gestellt. Sie sollen eine hohe Porigkeit mit vorgegebenen Porenabmessungen, Fehlen von geschlossenen und Sackporen, gerichtete porige Struktur und Fehlen von geschlossenem Film an der Oberfläche besitzen.

Gegenwärtig verwendet man breit für diesen Zweck in der Technik porige Materialien auf der Basis von thermoplastischen Polymeren wie Polyvinylchlorid, Polyäthylen, Polytetrafluoräthylen, Polyamid, Polystyrol und andere. Zu einer besonders weiten Verbreitung gelangten durch hohe Betriebseigenschaften und niedrige Kosten des Rohstoffes das Polyvinylchlorid und Polyäthylen. Die Beständigkeit des Polyäthylens gegen viele aggressive Medien bedingt wertvolle Eigenschaften des porigen Polyäthylens als Filtermaterial. Durch genügend hohe Festigkeit, chemische Trägheit des Polymers, gute Bearbeitbarkeit, die Fähigkeit, verschweißt zu werden, rechnet man dieses Material zu hochwertigen Filterelementen universeller Verwendung.

In allen Fällen besitzen die Polyäthylenfilterelemente

- 3 -  
5

eine hohe Leistungsfähigkeit, hohe Filtrierwirkung und gute Regenerierbarkeit.

Es besteht eine Reihe von Verfahren zur Herstellung von offenporigen polymeren Materialien.

Die Verfahren bestehen hauptsächlich in der Sinterung des geformten pulverförmigen thermoplastischen Polymers in der Form oder in der Wärmekammer mit Konvektionsheizung bei der Verwendung des genannten Materials in Form von gepresstem Halbzeug (siehe US-PS 3048537).

Es sind auch Verfahren bekannt, in denen man ein gepresstes Halbzeug des pulverförmigen thermoplastischen Polymers, dem ein feinverteilter löslicher Füllstoff zugegeben ist, einer Sinterung unterwirft und anschließend den Füllstoff auswäscht (siehe Zeitschrift "Plastische Massen", 1963, Nr. 7, 64 in Russisch).

Als thermoplastische Polymere verwendet man breit beispielsweise Polyäthylen hoher und niedriger Dichte, Polypropylen, Polyvinylchlorid, Kopolymerisate von Styrol.

Als lösliche Füllstoffe verwendet man beispielsweise Stärke (siehe US-PSen 2676929, 2542527), Kochsalz (siehe GB-PS 853668), Talk (siehe US-PS 2981979).

Diese Verfahren weisen wesentliche Nachteile auf. Die nach diesen Verfahren erhaltenen porigen polymeren Materialien weisen <sup>eine</sup> begrenzte Dicke der Erzeugnisse (nicht über 10 mm), ungeordnete und ungleichmäßige Anordnung der Poren, geschlossene und

809825/0533

ORIGINAL INSPECTED

2657943

- 4 -  
6

Sackporen, geschlossene technologische Rinden an der Oberfläche des Materials und Fehlen gerichteter poriger Struktur auf.

Die Verfahren weisen <sup>eine</sup> unvollkommene Technologie auf. Sie <sup>und</sup> sind durch lang dauernde technologische Operationen großen Energie- und Arbeitsaufwand gekennzeichnet. Außerdem verwendet man in Verfahren, die mit Talk und Stärke als löslicher Füllstoff arbeiten, starke Säuren zum Auswaschen dieser Füllstoffe aus den erhaltenen Materialien.

Es ist auch ein Verfahren zur Herstellung von offenporigem polymerem Material bekannt (siehe OE-PS 212572), welche auf der Verwendung von thermoplastischen  $\alpha$ -Olefinpolymeren, beispielsweise Polypropylen, Polybuten, Polybutadien, Polyisopren, gereinigt von den niedermolekularen und amorphen Einschlüssen, beruht. Man verwendet auch Gemische dieser Polymere. Nach diesem Verfahren preßt man die Polymere in pulveriger Form unter Druck, beispielsweise 10 bis 250 kp/cm<sup>2</sup> beim Erweichungspunkt des thermoplastischen Polymeres, bei etwa 150°C, während 40 bis 90 Minuten. Die Pregdauer hängt von der Dicke des herzustellenden Erzeugnisses ab.

Zwecks Erzielung höherer Porigkeit sieht das Verfahren die Zugabe zu dem pulverförmigen Polymer eines wasserlöslichen körnigen Füllstoffes, vorzugsweise von Kochsalz, vor, welches nach dem Pressen des Erzeugnisses mit Heißwasser ausgewaschen wird.

Nach diesem Verfahren erhält man ein offenporiges polymeres

809825/0533

ORIGINAL INSPECTED

Material mit hohen physikalisch-mechanischen Kennwerten. Dieses Material entspricht jedoch nicht den an die Filterelemente gestellten Forderungen. So ist es nach diesem Verfahren unmöglich, ein offenporiges Material mit großer Dicke der Erzeugnisse (über 10 mm) zu erhalten, weil man die Wärmebehandlung der gepressten Halbzeuge mit geringer Durchwärmungsgeschwindigkeit durchführt. Das nach diesem Verfahren erhaltene Material besitzt neben den durchgehenden Poren geschlossene und Sackporen. Die Poren selber sind in dem Material ungeordnet und ungleichmäßig angeordnet. Außerdem bilden sich an der Oberfläche des Materials geschlossene technologische Rinden, die die Gas- und Wasserdurchlässigkeit bedeutend senken.

Es besteht ein anderes Verfahren zur Herstellung von offenporigem Material (siehe "Plastische Massen", 1963, Nr. 7, 64 in Russisch), welches sich von dem vorhergehenden Verfahren dadurch unterscheidet, daß das Pressen des Halbzeuges bei Zimmertemperatur durchgeführt wird unter anschließender Wärmebehandlung der erhaltenen Masse beim Erweichungspunkt des thermoplastischen Polymers. Die Wärmebehandlung wird in der Thermokammer durchgeführt. Dieses Verfahren ist leistungsfähiger, es hatten aber auch ihm die genannten Nachteile an.

Zweck der vorliegenden Erfindung ist es, die genannten Nachteile zu vermeiden.

Der Erfindung wurde die Aufgabe zugrundegelegt, die Bedingungen der Durchführung des Prozesses in dem Verfahren zur



Herstellung von offenporigen polymeren Materialien derart zu verändern, daß das erhaltene Material eine offenporige gerichtete Struktur ohne geschlossene und Sackporen bei einem breiten Sortiment der erhaltenen Erzeugnisse aufweist.

Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß ein Verfahren vorgeschlagen wird, welches darin besteht, daß man das Pressen des pulverförmigen thermoplastischen Polymers bei einem Druck von 10 bis  $250 \text{ kp/cm}^2$  durchführt. Man führt erfindungsgemäß das Pressen des thermoplastischen Polymers in Gegenwart einer in einer Menge von 5 bis 30 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteile des thermoplastischen Polymers genommenen organischen polaren Flüssigkeit, deren Siedepunkt 5 bis  $20^\circ\text{C}$  über dem Erweichungspunkt des thermoplastischen Polymers liegt, durch unter anschließender Wärmebehandlung der erhaltenen Masse beim Erweichungspunkt des thermoplastischen Polymers mit einer Durchwärmungsgeschwindigkeit der Masse von 20 bis  $190^\circ\text{C/min}$ .

Als thermoplastisches Polymer kommen beispielsweise pulverförmiges Polyäthylen hoher Dichte, Polyäthylen niedriger Dichte, Polyvinylchlorid, Polypropylen, Polyamid, Äthylen-Propylen-Co-  
und  
polymerisate, Polystyrol in Frage. Diese Polymere können sowohl individuell als auch in Gemisch verwendet werden.

Das gewählte Druckintervall bewirkt die notwendige Verdichtung des Pulvers des thermoplastischen Polymers unter Herbeiführung eines Kontaktes zwischen den einzelnen Pulverteilchen. Eine weitere Druckerhöhung über  $250 \text{ kp/cm}^2$  führt zu einer über-

mäßigen Verdichtung der Pulverteilchen, was seinerseits zur Bildung einer geschlossenen Struktur des Materials unter Verformung der einzelnen Pulverteilchen des thermoplastischen Polymers führen kann.

Bei der anschließenden Wärmebehandlung der durch das Pressen erhaltenen Masse bei dem Erweichungspunkt des thermoplastischen Materials wird der notwendige Verschmelzungsgrad der Pulverteilchen des thermoplastischen Polymers herbeigeführt. Wenn die genannte Temperatur niedriger als die gewählte liegt, so wird unter diesen Bedingungen der notwendige Verschmelzungsgrad nicht herbeigeführt, was zur Zerstörung des fertigen Materials führt. Liegt diese Temperatur über der gewählten, so kommt es zu einer Verschmelzung der Pulverteilchen zu einem Ganzstück unter Bildung von vollständig geschlossenen Poren.

Das Vorliegen der organischen polaren Flüssigkeit in der Masse macht es möglich, ihre Durchwärmung mit hoher Geschwindigkeit durchzuführen, weil die polaren organischen Flüssigkeiten gegenüber den thermoplastischen Polymeren eine bessere Wärmeleitfähigkeit sowie Polarität aufweisen. Der gewählte Bereich der Geschwindigkeit der Durchwärmung der Masse ist für die Wärmeeinwirkung auf diese Masse ausreichend. Er gewährleistet die Herstellung eines Materials mit dem notwendigen Komplex der physikalisch-mechanischen Eigenschaften während einer kurzen Zeitdauer. Dadurch wird der technologische Herstellungsprozess des Materials in bedeutendem Maße intensiviert. Eine

Senkung der Geschwindigkeit, das heist eine längere Temperatureinwirkung führt zu einer teilweisen Destruktion des Polymers. Eine weitere Erhöhung der Durchwärmungsgeschwindigkeit ist mit technischen Schwierigkeiten verbunden.

Außerdem umhüllt die der Masse zugegebene organische polare Flüssigkeit die Teilchen des thermoplastischen Polymers. Somit fehlt in dem gepressten Material <sup>ein</sup> Luftmedium, welches bei der Wärmebehandlung des Polymers seine Oxydation bewirken könnte. Diese Oxydation, die bei der Herstellung von offenporigen thermoplastischen Materialien nach den bekannten Verfahren beobachtet wird, ruft eine Verschlechterung der physikalisch-mechanischen Eigenschaften der erhaltenen offenporigen Erzeugnisse hervor.

Während der Wärmebehandlung nach dem erfindungsgemäßen Verfahren bewirkt die organische polare Flüssigkeit beim Sieden auch das Fehlen des Kontakts der Polymerteilchen mit der Luft.

Die organische polare Flüssigkeit wird ausgewählt, daß ihr Siedepunkt höher als der Erweichungspunkt des thermoplastischen Polymers liegt.

Wenn der Siedepunkt der organischen polaren Flüssigkeit niedriger als der Erweichungspunkt des thermoplastischen Polymers liegt oder diesem gleich ist, so trennen sich beim Sieden der Flüssigkeit die Pulverteilchen und die gepresste Masse zerfällt, ohne den Erweichungspunkt des thermoplastischen Polymers erreicht zu haben.

Wenn der Siedepunkt der organischen polaren Flüssigkeit

den Erweichungspunkt des thermoplastischen Polymers um mehr als 20°C übersteigt, so kommt es bei deren Sieden zur Sprengung der Brücken zwischen den Teilchen des thermoplastischen Polymers, gebildet durch dessen Erweichen, und man beobachtet in der gepreßten Masse Risse und Brüche. Im dem Falle, wenn der Siedepunkt der organischen polaren Flüssigkeit den Erweichungspunkt des thermoplastischen Polymers erheblich übersteigt, backt die gepreßte Masse zu einem Ganzstück zusammen,, welches keine offenen Poren aufweist.

Die organische polare Flüssigkeit ist dem pulverförmigen Thermoplast in einer Menge von nicht weniger als 5 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteile des thermoplastischen Polymers zu zugeben, weil eine geringere Menge derselben die vollständige Benetzung aller Pulverteilchen in der Masse und die gleichmäßige Durchwärmung des Materials bei der Wärmebehandlung nicht gewährleistet.

Die Zugabe der polaren Flüssigkeit in einer Menge von mehr als 30 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteile des thermoplastischen Materials ist nicht zweckmäßig, weil sie in diesem Falle den Kontakt zwischen den Teilchen des thermoplastischen Materials verhindern wird.

Wie oben hingewiesen, machte es das Vorliegen in der erhaltenen Masse der organischen polaren Flüssigkeit zum Unterschied von den bekannten Verfahren möglich, die Durchwärmung des thermoplastischen Polymers mit hoher Geschwindigkeit (20

bis 190°C/min) durchzuführen, was beim Fehlen in der Masse eines solchen Zusatzes unmöglich ist.

Es ist die Verwendung von Wasser als polare Flüssigkeit zur Durchführung der Durchwärmung mit hoher Geschwindigkeit einer thermoplastischen Mischung auf der Basis von Perlpolystyrol bekannt, welches Isopentan als Schaummittel enthält. In diesem Falle erhält man geschäumten geschlossenenporigen Schaumstoff, der keine offenen Poren aufweist. Darauf basierend, war es naheliegend zu erwarten, daß man durch die Wahl der notwendigen polaren Flüssigkeit für pulverförmige thermoplastische Polymere bei hoher Durchwärmungsgeschwindigkeit ein geschlossenenporiges oder Ganzstückmaterial erhält.

Es hat sich jedoch erwiesen, daß die Zugabe der organischen polaren Flüssigkeiten zum pulverförmigen thermoplastischen Polymer nicht nur eine hohe Durchwärmungsgeschwindigkeit des thermoplastischen Polymers gewährleistet, sondern auch die Bildung eines offenporigen polymeren Materials mit einer Struktur bewirkt, welche eine von der Mitte zur Peripherie hin gerichtete Anordnung der vollständig offenen Kanäle und Poren aufweist.

Gleichzeitig damit wurde im Material ein völliges Fehlen von Sackporen nachgewiesen.

Dies ist darauf zurückzuführen, daß es bei dem gewählten Kombinieren der organischen polaren Flüssigkeiten mit pulverförmigen thermoplastischen Polymeren beim Durchwärmen der erhaltenen Masse mit hoher Geschwindigkeit zur Verbindung der

einzelnen Teilchen des thermoplastischen Polymers bei seiner Erweichung durch die von der polaren Flüssigkeit abgegebene Wärme kommt. Die polare Flüssigkeit siedet innerdrin und tritt aus der erhaltenen Masse in Form von Dämpfen, die auf ihrem Wege gerichtete Kanäle zwischen den Teilchen des thermoplastischen Polymers bilden. Die gebildeten Kanäle weisen eine Richtung, die der Wanderungsrichtung der polaren Flüssigkeit entspricht, nämlich von der Mitte zur Peripherie des erhaltenen Materials hin, auf. Dabei fehlen auch die Bedingungen für die Bildung von Sackporen und geschlossenen Poren in dem erhaltenen Material.

Das Vorliegen von Spuren der organischen polaren Flüssigkeit in dem erhaltenen offenporigen Material verhindert in einigen Fällen seine Verwendung als Filtriermaterialien.

Deshalb führt man zweckmäßig zur Entfernung der Spuren der organischen polaren Flüssigkeiten nach der Wärmebehandlung die Wasche des erhaltenen Materials mit Wasser durch.

In vielen Fällen ist es notwendig, ein offenporiges thermoplastisches Material mit streng bestimmter Größe der offenen Poren zu erhalten. Ein solches Material soll dabei einen hohen Porigkeitsgrad und ein breites Porengrößeintervall aufweisen. Für die Herstellung von offenporigen thermoplastischen Materialien mit solchen Eigenschaften ist in dem erfindungsgemäßen<sup>das</sup> Verfahren Pressen des pulverförmigen thermoplastischen Polymers in Gegenwart von Kaliumhydrogenkarbonat in einer Menge von 1 bis 600 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteilen des

- 42 -  
14

thermoplastischen Polymers vorgesehen. Um ein offenporiges Material mit unterschiedlicher Porengröße, beispielsweise von 5  $\mu\text{m}$ , 10  $\mu\text{m}$ , 20  $\mu\text{m}$ , 150  $\mu\text{m}$ , 80  $\mu\text{m}$ , usw., zu erhalten, nimmt man das Kaliumhydrogenkarbonat in bestimmter Menge und mit bestimmter Teilchengröße in Abhängigkeit von der gewünschten Porengröße des fertigen offenporigen Materials.

Das gewählte Intervall der Konzentration des Kaliumhydrogenkarbonats gewährleistet die Erzielung der notwendigen vorgegebenen Gesamtporigkeit des offenporigen Materials, die in einem Bereich von 20 bis 80% erzielt werden kann.

Im Falle der Verwendung von Kaliumhydrogenkarbonat in einer Menge von weniger als 1 Gewichtsteil ist es unmöglich, dieses über das ganze Volumen des zu erhaltenden Materials zu verteilen, weshalb der Hauptsinn seiner Verwendung verlorenggeht.

Im Falle der Verwendung von Kaliumhydrogenkarbonat in einer Menge von mehr als 600 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteile des thermoplastischen Polymers wird das Kaliumhydrogenkarbonat zu einem Hindernis für den Kontakt der Teilchen des thermoplastischen Polymers miteinander, wodurch die Teilchen miteinander nicht zusammenbacken und das Material zerfällt.

Die Verwendung von Kaliumhydrogenkarbonat in dem erfindungsgemäßen Verfahren erfolgt gemeinsam mit der organischen polaren Flüssigkeit.

Die Verwendung wasserlöslicher Füllstoffe in polymeren Mischungen ist für die Herstellung offenporiger Materialien be-

kannt. Deshalb schien es, daß das Kaliumhydrogenkarbonat die Rolle eines konventionellen auswaschbaren Füllstoffes erfüllen wird.

Jedoch erzeugt im Verein mit der organischen polaren Flüssigkeit, die eine hohe Durchwärmungsgeschwindigkeit sowohl des thermoplastischen Polymers als auch des Kaliumhydrogenkarbonats bewirkt, das letztere einen zusätzlichen Effekt. Dieser Effekt tritt in Erscheinung während der Wärmebehandlung des erhaltenen Materials. Während der Wärmebehandlung kommt es zur Zersetzung des Kaliumhydrogenkarbonats zu Kaliumkarbonat unter Entwicklung größerer Mengen von Kohlendioxidgas und Wasserdampf, die einen inertten Gaskissen um das und im Inneren des durch Wärme behandelten Halbzeuges erzeugen, was zusätzlich die Oxydation des Polymers verhindert.

Im Falle der Verwendung von Kaliumhydrogenkarbonat ohne organische polare Flüssigkeit bleibt der bei ihrer gemeinsamen Verwendung erzielte Effekt aus. Die Durchwärmung des thermoplastischen Polymers mit dem Kaliumhydrogenkarbonat geht in diesem Falle mit viel geringerer Geschwindigkeit vor sich und das sich entwickelnde Kohlendioxidgas sowie der sich bildende Wasserdampf sind nicht in der Lage, einen sicheren Gaskissen um das und im Inneren des durch Wärme behandelten Halbzeuges zu erzeugen, weil die Geschwindigkeit der Diffusion der sich in die Atmosphäre ausscheidenden Dämpfe und die Geschwindigkeit der Entwicklung dieser Dämpfe aus dem durch Wärme behandelten Polymer in diesem



Fälle nahestehe und ein Kontakt des thermoplastischen Polymers mit der Luft nicht vermieden werden kann. Deshalb ist die Oxydation des Polymers in dem durch Wärme behandelten Material unvermeidlich.

Nach der Wärmebehandlung des erhaltenen Materials wird das Material von den Spuren der organischen polaren Flüssigkeit mit Wasser gewaschen. Ist in dem erhaltenen Material Kaliumhydrogenkarbonat anwesend, wird das Material ebenfalls mit Wasser gewaschen. Der Waschgrad wird nach dem Fehlen von Kaliumhydrogenkarbonat im Waschwasser kontrolliert. Zur Intensivierung der Wäsche verwendet man zweckmäßig siedendes Wasser.

Wie oben hingewiesen, verwendet man die organische polare Flüssigkeit in einer Menge von 5 bis 30 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteile des thermoplastischen Polymers. Bevorzugt sind 10 bis 20 Gewichtsteile auf 100 Gewichtsteile des thermoplastischen Polymers.

Es wurde oben ein Intervall der Durchwärmungsgeschwindigkeit bei der Wärmebehandlung der erhaltenen Masse von 20 bis 190°C/min festgelegt. Bevorzugt ist ein Intervall der Durchwärmungsgeschwindigkeit bei der Wärmebehandlung von 30 bis 80°C/min.

Als organische polare Flüssigkeiten verwendet man zweckmäßig Dimethylformamid, ein-, zwei-, dreiwertige Alkohole, Ketone und chlorierte Kohlenwasserstoffe, individuell oder in Kombination miteinander genommen.

Wie oben hingewiesen, verwendet man zweckmäßig das Kalium-

- 15 -  
17

hydrogenkarbonat beim Pressen des pulverförmigen thermoplastischen Polymers in einer Menge von 1 bis 600 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteile des thermoplastischen Polymers. Bevorzugt ist eine Menge von 200 bis 400 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteile des thermoplastischen Polymers.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung von offenporigen polymeren Materialien macht es gegenüber den bekannten Verfahren möglich, offenporige Materialien auf der Basis von thermoplastischen Polymeren mit einem ganzen Komplex neuer Eigenschaften für solche Materialien zu erhalten. So kann man nach dem erfindungsgemäßen Verfahren ein offenporiges Material mit einem breiten Porigkeitsbereich von 20 bis 80% erhalten. Es kann auch die notwendige vorgegebene Porengröße erzielt werden.

Das nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhaltene offenporige Material besitzt eine vollständig offenporige Struktur bei völligem Fehlen von geschlossenen und Sackporen. Darüber hinaus weist das fertige Material eine gerichtete Porenstruktur auf. Diese letzteren Eigenschaften können nach den anderen bestehenden Verfahren zur Herstellung von offenporigen Materialien auf der Basis thermoplastischer Polymere nicht erzielt werden.

Dabei macht es das erfindungsgemäße Verfahren möglich, offenporige Materialien mit hohen physikalisch-mechanischen Kennwerten ohne Oxydation und Thermodestruktion des thermoplastischen

Polymers zu erhalten.

Das erfindungsgemäße Verfahren macht es gegenüber den bekannten Verfahren möglich, offenporige Materialien in einem breiten Sortiment der Erzeugnisse, beispielsweise in Form von 2 bis 100 mm dicken Platten, Scheiben von 500 mm Durchmesser und mehr, Stäben, Röhren, Tabletten und Granalien, zu erhalten, während nach den bekannten Verfahren die Dicke der erhaltenen Erzeugnisse auf 10 bis 12 mm beschränkt ist.

Dieser Komplex neuer Eigenschaften der herzustellenden offenporigen Materialien macht es möglich, deren Verwendungsgebiete bedeutend zu erweitern.

Die erhaltenen offenporigen Materialien eignen sich für die Filtration verschiedener Gase, nieder- und hochviskoser Flüssigkeiten, darunter auch aggressiver Medien, sowie als geräuschkämpfendes Material, das an dem Auspuff der Druckluftanlagen angeordnet wird.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhaltene Materialien wurden unter verschiedensten Bedingungen geprüft, wie

Filtration von Biomasse bei der Herstellung von Vakzinen;

Filtration von Blut und Blutersatzpräparaten;

Filtration von Sirupen bei der Herstellung von Celluloseestern;

Filtration von Lacken und Emails, Polyurethanlösungen für Kunstleder;

Filtration von Magnetlacken bei der Herstellung von Magnetbändern;

- 17 -  
19

Filtration von Gelatinelösungen bei der Herstellung von Foto- und Kinofilmen;

Filtration von Entwicklerlösungen in der grafischen Industrie;

Filtration von hochreinem Entionisationswasser bei der Herstellung von Halbleitern;

Filtration von Dieseldieselkraftstoff;

Filtration verschiedener Lösungsmittel, saurer und alkalischer Lösungen;

als Elemente für Druckluftdämpfer am Auspuff von Druckluftanlagen, Druckluftwerkzeugmaschinen, Druckluftpressen, Druckluftwerkzeugen u.ä.m.

Die geprüften Materialien zeigten Betriebssicherheit, die Möglichkeit der Filtration bei erhöhten Drücken. So halten beispielsweise zylindrische Polyäthylenfiltrierelemente von 40 mm Durchmesser mit einer Gesamtporigkeit von 70 bis 75% einen Druck bis 15 kp/cm<sup>2</sup> aus.

Die geprüften Materialien zeigten auch die Möglichkeit einer mehrfachen Sterilisation und Regenerierung mit Lösungsmitteln, Säuren und Laugen. Zu den Vorteilen dieser offenporigen Materialien sind auch ihre niedrigen Kosten gegenüber den ähnlichen nach den bekannten Verfahren erhaltenen Materialien zu rechnen. Dies ist darauf zurückzuführen, daß der technologische Prozeß des erfindungsgemäßen Verfahrens wirksamer und weniger energieintensiv ist.

Das Verfahren ist einfach in seiner technologischen Gestaltung und wird wie folgt durchgeführt:

Das pulverförmige thermoplastische Polymer bringt man in einen Mischer vom Standardtyp ein, wohin gleichzeitig die organische polare Flüssigkeit eingetragen wird. Die genannten Komponenten vermischt man bis zur Erzielung einer homogenen Masse.

Im Falle der Verwendung von Kaliumhydrogenkarbonat wird dieses auch gleichzeitig mit den übrigen Komponenten in den Mischer eingebracht und mit ihnen bis zur Erzielung einer homogenen Masse vermischt.

Die erhaltene homogene Masse bringt man in eine Pressform, deren Konfiguration dem herzustellenden Erzeugnis entspricht, ein und preßt bei einem Druck von 10 bis 250 kp/cm<sup>2</sup>.

Das gepreßte Halbzeug nimmt man aus der Form heraus und unterwirft einer Wärmebehandlung mit einer Erhitzungsgeschwindigkeit von 20 bis 190°C/min. Eine solche Erhitzungsgeschwindigkeit kann man erzielen, beispielsweise mit Hilfe von zur Erhitzung von Dielektrika eingesetzten Hochfrequenzanlagen mit einer Arbeitsfrequenz beispielsweise von 13 bis 20 MHz oder mit Hilfe von Flüssigkeitsbädern bei unmittelbarem Kontakt des durch Wärme zu behandelnden Materials mit dem flüssigen Wärmeträger, der eine über dem Erweichungspunkt des thermoplastischen Polymers liegende Temperatur aufweist.

Erforderlichenfalls bringt man die durch Wärme behandelten Halbzeuge in siedendes Wasser zum Waschen von den Spuren der

organischen polaren Flüssigkeiten ein. Im Falle der Verwendung von Kaliumhydrogenkarbonat ist eine solche Wäsche notwendig. Der Wäschegrad wird nach dem Vorliegen der auszuwaschenden Stoffe im Waschwasser kontrolliert.

Nach dem Waschen unterwirft man das fertige offenporige Material der Trocknung, die beispielsweise an der Luft, im Thermoschrank, unter Vakuum usw. durchgeführt werden kann.

Zum besseren Verstehen der vorliegenden Erfindung werden folgende konkrete Beispiele angeführt.

Beispiel 1. Die Mischung für die Herstellung von offenporigem Material weist folgende Zusammensetzung auf: Polyäthylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex von 0,05 g/10 min 100 Gewichtsteile

Kaliumhydrogenkarbonat	1 Gewichtsteil
Äthylalkohol	4 Gewichtsteile
Äthylenglykol	10 Gewichtsteile

Die Komponenten bringt man in einen 2-Schaufelmischer ein und vermischt während 0,5 Stunden. Die bereitete Mischung preßt man auf einer hydraulischen Presse bei einem Druck von 15 kp/cm<sup>2</sup> während 3 Minuten zu Tabletten von 100 mm Durchmesser und 20 mm Dicke. Die erhaltenen Tabletten bringt man in den Zwischenelektrodenraum des Hochfrequenzstromgenerators (Arbeitsfrequenz des Generators 19 MHz, Schwingleistung 1,0 kW) ein. Die Durchwärmung der Tabletten im Generator wird während 5 Minuten durchgeführt, wo eine Durchwärmungsgeschwindigkeit von 30°C/min er-

- 20 -

22

reicht wird. Die Tabletten trägt man heraus und bringt in eine Wanne mit siedendem Wasser ein, wo das Kaliumhydrogenkarbonat ausgewaschen wird. Die Kontrolle der Auswaschung des Kaliumhydrogenkarbonats erfolgt nach dem Phenolphthalein. Dann trocknet man die Tabletten bei einer Temperatur von 90 bis 100°C.

Das erhaltene Material weist folgende Kennwerte auf:

scheinbare Dichte  $0,6 \text{ g/cm}^3$

Gasdurchlässigkeit  $35 \text{ cm}^2/\text{atm s}$ ;

Druckfestigkeit (bei einer Verformung von 3%)  $60 \text{ kp/cm}^2$ .

Beispiel 2. Die Mischung für die Herstellung von offengeporigem Material weist folgende Zusammensetzung auf:

Polyäthylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex von 0,05 g/10 min 100 Gewichtsteile

Aceton 2 Gewichtsteile

Glycerin 3 Gewichtsteile.

Die Komponenten bringt man in einem 2-Schaufelmischer ein und vermischt während 0,5 Stunden.

Die bereitete Mischung preßt man auf einer hydraulischen Presse bei einem Druck von  $15 \text{ kp/cm}^2$  während 3 Minuten zu Tabletten von 100 mm Durchmesser und 20 mm Dicke. Die erhaltenen Tabletten bringt man in den Zwischenelektrodenraum des Hochfrequenzstromgenerators (Arbeitsfrequenz des Generators 18-20 MHz, Schwingleistung 1,0 kW) ein. Die Durchwärmung der Tabletten im Generator wird während 6 bis 7 Minuten durchgeführt, wo eine Durchwärmungsgeschwindigkeit von 25°C/min erreicht wird.

Das erhaltene Material weist folgende Kennwerte auf;

scheinbare Dichte  $0,60 \text{ g/cm}^3$

Gasdurchlässigkeit  $30 \text{ cm}^2/\text{atm s}$ ;

Druckfestigkeit (bei einer Verformung von 3%)  $65 \text{ kp/cm}^2$ .

Beispiel 3. Die Mischung für die Herstellung des offenporigen Materials weist folgende Zusammensetzung auf:

Polyäthylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex von 0,05  
g/10 min            100 Gewichtsteile

Dimethylformamid 10 Gewichtsteile

Äthylenglykol    10 Gewichtsteile;

Die Komponenten bringt man in einen 2-Schaufelmischer ein und rührt während 0,5 Stunden. Die bereitete Mischung preßt man auf einer hydraulischen Presse bei einem Druck von  $15 \text{ kp/cm}^2$  während 3 Minuten zu Tabletten rechteckiger Form mit Abmessungen von  $320 \times 100 \times 20 \text{ mm}$ . Die erhaltenen Tabletten bringt man auf ein kontinuierlich bewegtes Band, welches die Tabletten in den Zwischenelektrodenraum des Hochfrequenzstromgenerators (Arbeitsfrequenz des Generators 13,5 MHz, Schwingleistung 40 kW) transportiert, wo man die Wärmebehandlung des Halbzeuges während 5 Minuten durchführt (Durchwärmungsgeschwindigkeit  $35^\circ \text{C/min}$ ). Dann kühlt man die Tabletten an der Luft ab. Das erhaltene Material weist folgende Kennwerte auf:

scheinbare Dichte  $0,272 \text{ g/cm}^3$ ;

Gasdurchlässigkeit  $30 \text{ cm}^2/\text{atm s}$ ;

Druckfestigkeit  $72 \text{ kp/cm}^2$ .



Beispiel 4. Die Mischung für die Herstellung von offenporigem Material weist folgende Zusammensetzung auf:

Emulsionspolyvinylchlorid (mit Flukentscher-Konstante  $K_f=68$ )  
100 Gewichtsteile

Dimethylformamid 10 Gewichtsteile

Äthylenglykol 10 Gewichtsteile.

Die Mischung bringt man in einen 2-Schaufelmischer ein und rührt während 0,5 Stunden. Die bereitete Mischung preßt man auf einer hydraulischen Presse bei einem Druck von  $15 \text{ kp/cm}^2$  während 3 Minuten zu Tabletten von 100 mm Durchmesser und 30 mm Dicke. Die erhaltenen Tabletten bringt man in den Zwischenelektrodenraum des Hochfrequenzstromgenerators (Arbeitsfrequenz 19 MHz, Schwingleistung 1,3 kW) ein, wo man die Wärmebehandlung der Halbzeuge während 40 Sekunden durchführt (Durchwärmungsgeschwindigkeit  $190^\circ\text{C/min}$ ).

Das erhaltene Material weist folgende Kennwerte auf:

scheinbare Dichte 0,9 bis  $1,0 \text{ g/cm}^3$

Gasdurchlässigkeit 5 bis  $1 \text{ cm}^2/\text{atm s}$

Druckfestigkeit 130 bis  $80 \text{ kp/cm}^2$

Druckmodul 1100 bis  $1800 \text{ kp/cm}^2$ .

Beispiel 5. Die Mischung für die Herstellung von offenporigem Material weist folgende Zusammensetzung auf: Polyäthylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex von 0,5 g/10 min ... 100 Gewichtsteile Kaliumhydrogenkarbonat mit einer Teilchengröße von 60 bis ~~80~~ <sup>110</sup>  $\mu\text{m}$  300 Gewichtsteile

- 25 -

25

Äthylenglykol 8 Gewichtsteile

Tetrachlorkohlenstoff 8 Gewichtsteile.

Die Komponenten bringt man in einen 2-Schaufelmischer ein und verrührt während 0,5 Stunden. Die bereitete Mischung preßt man auf einer hydraulischen Presse bei einem Druck von 150 kp/cm<sup>2</sup> während 3 Minuten zu Tabletten von 100 mm Durchmesser und 15 mm Dicke. Die erhaltenen Tabletten bringt man in den Zwischenelektrodenraum des Hochfrequenzgenerators (Arbeitsfrequenz des Generators 13,5 MHz, Schwingleistung 40 kW) ein, wo man die Wärmebehandlung der Halbzeuge während 5 Minuten durchführt (Durchwärmungsgeschwindigkeit 35°C/min). Die durch Wärme behandelten Halbzeuge bringt man in eine Wanne mit siedendem Wasser ein, wo sie von dem Kaliumhydrogenkarbonat gewaschen werden. Die Beendigung des Waschens wird nach der neutralen Reaktion auf Kaliumhydrogenkarbonat im Waschwasser festgestellt. Dann trocknet man die porigen Tabletten bei einer Temperatur von 90 bis 100°C.

Das erhaltene Material weist folgende Kennwerte auf:

scheinbare Dichte 0,35 g/cm<sup>3</sup>

Gasdurchlässigkeit 250 cm<sup>2</sup>/atm, s;

Druckfestigkeit (bei einer Verformung von 10%) 12 kp/cm<sup>2</sup>;

Biegefestigkeit 26 kp/cm<sup>2</sup>

Druckmodul 210 kp/cm<sup>2</sup>.

Beispiel 6. Die Mischung für die Herstellung von offenporigem Material weist folgende Zusammensetzung auf:

2657943

- 24 -

26

Polyäthylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex von 0,5  
g/10 min            100 Gewichtsteile

Kaliumhydrogenkarbonat mit einer Teilchengröße 160  $\mu$ m  
300 Gewichtsteile

Äthylenglykol            8 Gewichtsteile

Tetrachlorkohlenstoff    8 Gewichtsteile.

Die Komponenten bringt man in einen 2-Schaufelmischer ein und verrührt während 0,5 Stunden. Die bereitete Mischung preßt man auf einer hydraulischen Presse bei einem Druck von 150 kp/cm<sup>2</sup> während 3 Minuten zu Tabletten von 100 mm Durchmesser und 15 mm Dicke. Die erhaltenen Tabletten bringt man in den Zwischenelektrodenraum des Hochfrequenzgenerators (Arbeitsfrequenz des Generators 13,5 MHz, Schwingleistung 40 kW) ein, wo man die Wärmebehandlung der Halbzeuge während 5 Minuten durchführt (Durchwärmungsgeschwindigkeit 35°C/min). Dann bringt man die Tabletten in eine Wanne mit siedendem Wasser ein, wo sie von dem Kaliumhydrogenkarbonat gewaschen werden. Die Bädigung des Waschens wird nach der neutralen Reaktion auf Kaliumhydrogenkarbonat im Waschwasser festgestellt. Dann trocknet man die porigen Tabletten bei einer Temperatur von 90 bis 100°C.

Das erhaltene Material weist folgende Kennwerte auf:

scheinbare Dichte    0,312 g/cm<sup>3</sup>

Gasdurchlässigkeit 300 cm<sup>2</sup>/at, s

Druckfestigkeit (bei einer Verformung von 10%) 12,8 kp/cm<sup>2</sup>

Biegefestigkeit    25 kp/cm<sup>2</sup>

809825/0533

- 25 -

24

Druckmodul 86,7 kp/cm<sup>2</sup>.

Beispiel 7. Die Mischung für die Herstellung von offenporigem Material weist folgende Zusammensetzung auf:

Polyäthylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex von 0,02  
g/10 min 100 Gewichtsteile

Kaliumhydrogenkarbonat mit einer Teilchengröße 500  $\mu$ m  
300 Gewichtsteile

Äthylenglykol 15 Gewichtsteile

Tetrachlorkohlenstoff 15 Gewichtsteile.

Die Komponenten bringt man in einen 2-Schaufelmischer ein und verrührt während 0,5 Stunden. Die bereitete Mischung prägt man auf einer hydraulischen Presse bei einem Druck von 150 kp/cm<sup>2</sup> während 3 Minuten zu Tabletten von 100 mm Durchmesser und 15 mm Dicke. Die erhaltenen Tabletten bringt man in den Zwischenelektrodenraum des Hochfrequenzgenerators (Arbeitsfrequenz des Generators 13,5 MHz, Schwingleistung 40 kW) ein, wo man die Wärmebehandlung der Halbzeuge während 5 Minuten durchführt (Durchwärmungsgeschwindigkeit 35°C/min). Dann bringt man die Tabletten in eine Wanne mit siedendem Wasser ein, wo sie von dem Kaliumhydrogenkarbonat gewaschen werden. Die Beendigung des Waschens wird nach der neutralen Reaktion auf Kaliumhydrogenkarbonat im Waschwasser festgestellt. Dann trocknet man die porigen Tabletten bei einer Temperatur von 90 bis 100°C.

Das erhaltene Material weist folgende Kennwerte auf:

scheinbare Dichte 0,272 g/cm<sup>3</sup>

Gasdurchlässigkeit  $600 \text{ cm}^2 / \text{atm. s}$

Biegefestigkeit (bei einer Verformung von 10%)  $10,2 \text{ kp/cm}^2$

Druckfestigkeit  $22,6 \text{ kp/cm}^2$

Druckmodul  $154 \text{ kp/cm}^2$ .

Beispiel 8. Die Mischung für die Herstellung von offenporigem Material weist folgende Zusammensetzung auf:

Polyäthylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex von 0,5

g/10 min      100 Gewichtsteile

Kaliumhydrogenkarbonat mit einer Teilchengröße von 160 bis  
500  $\mu\text{m}$       600 Gewichtsteile

Äthylenglykol      8 Gewichtsteile

Tetrachlorkohlenstoff 8 Gewichtsteile.

Die Komponenten bringt man in einen 2-Schaufelmischer ein und verrührt während 0,5 Stunden. Die bereitete Mischung preßt man auf einer hydraulischen Presse bei einem Druck von  $250 \text{ kp/cm}^2$  während 2 Minuten zu Zylindern von 80 mm Außendurchmesser, 60 mm Innendurchmesser und 90 mm Höhe. Die erhaltenen Zylinder bringt man in den Zwischenelektrodenraum des Hochfrequenzgenerators (Arbeitsfrequenz des Generators 13,5 MHz, Schwingleistung 40 kW) ein, wo man die Wärmebehandlung der Halbzeuge während 5 Minuten durchführt (Durchwärmungsgeschwindigkeit  $40^\circ\text{C/min}$ ). Die durch Wärme behandelten Halbzeuge bringt man in eine Wanne mit siedendem Wasser ein, so sie von dem Kaliumhydrogenkarbonat gewaschen werden. Die Beendigung des Waschens wird nach der neutralen Reaktion auf Kaliumhydrogenkarbonat im

- 27 -

29

Waschwasser festgestellt. Dann trocknet man die porigen Zylinder bei einer Temperatur von 90 bis 100°C.

Das erhaltene Material weist folgende Kennwerte auf:

scheinbare Dichte  $0,2 \text{ g/cm}^3$

Gasdurchlässigkeit  $1200 \text{ cm}^2 / \text{atm. s}$

Druckfestigkeit (bei einer Verformung von 10%)  $3,0 \text{ kp/cm}^2$ .

Beispiel 9. Die Mischung für die Herstellung von offenporigem Material weist folgende Zusammensetzung auf:

Polyäthylen niedriger Dichte mit einem Schmelzindex von 0,6 g/10 min (Pulver mit einer Teilchengröße 80 bis 300  $\mu\text{m}$  100 Gewichtsteile

Kaliumhydrogenkarbonat mit einer Teilchengröße von 160 bis 500  $\mu\text{m}$  300 Gewichtsteile

Äthylenglykol 8 Gewichtsteile

Tetrachlorkohlenstoff 8 Gewichtsteile.

Die Komponenten bringt man in einen 2-Schaufelmischer ein und verrührt während 0,5 Stunden. Die bereitete Mischung preßt man auf einer hydraulischen Presse bei einem Druck von  $150 \text{ kp/cm}^2$  während 2 Minuten zu Tabletten von 100 mm Durchmesser und 10 mm Dicke. Die erhaltenen Tabletten bringt man in den Zwischenelektrodenraum des Hochfrequenzgenerators (Arbeitsfrequenz des Generators 13,5 MHz, Schwingleistung 40 kW) ein, wo die Wärmebehandlung der Tabletten während 3 Minuten durchgeführt wird (Durchwärmungsgeschwindigkeit  $50^\circ\text{C/min}$ ).

Die durch Wärme behandelten Tabletten bringt man in eine

- 28 -  
30

Wanne mit Heißwasser ( $t = 70^{\circ}\text{C}$ ) ein, wo sie von dem Kaliumhydrogenkarbonat gewaschen werden. Die Beendigung des Waschens wird nach der neutralen Reaktion auf Kaliumhydrogenkarbonat im Waschwasser festgestellt. Dann trocknet man die porigen Tabletten bei einer Temperatur von 50 bis  $60^{\circ}\text{C}$ .

Das erhaltene Material weist folgende Kennwerte auf:

scheinbare Dichte  $0,25 \text{ g/cm}^3$

Gasdurchlässigkeit  $700 \text{ cm}^2/\text{atm. s}$

Beispiel 10. Die Mischung für die Herstellung von offenporigem Material weist folgende Zusammensetzung auf:

Polypropylen mit einem Schmelzindex von  $8 \text{ g/10 min}$  (Pulver mit einer Teilchengröße von 80 bis  $250 \mu\text{m}$ ) 100 Gewichtsteile

Kaliumhydrogenkarbonat mit einer Teilchengröße von 80 bis  $160 \mu\text{m}$  300 Gewichtsteile

Äthylenglykol 15 Gewichtsteile

Tetrachlorkohlenstoff 15 Gewichtsteile.

Die Komponenten bringt man in einen 2-Schaufelmischer ein und verrührt während 0,5 Stunden. Die bereitete Mischung preßt man auf einer hydraulischen Presse bei einem Druck von  $200 \text{ kp/cm}^2$  während 3 Minuten zu Tabletten von 100 mm Durchmesser und 10 mm Dicke. Die erhaltenen Tabletten bringt man in den Zwischenelektrodenraum des Hochfrequenzstromgenerators (Arbeitsfrequenz des Generators 13,5 MHz, Schwingleistung 40 kW) ein, wo die Wärmebehandlung der Tabletten während 8 Minuten durchgeführt wird (Durchwärmungsgeschwindigkeit  $25^{\circ}\text{C/min}$ ).

- 29 -  
31

Die durch Wärme behandelten Tabletten bringt man in eine Wanne mit siedendem Wasser ein, wo sie von dem Kaliumhydrogenkarbonat gewaschen werden. Die Beendigung des Waschens wird nach der neutralen Reaktion auf Kaliumhydrogenkarbonat im Waschwasser festgestellt. Dann trocknet man die porigen Tabletten bei einer Temperatur von 90 bis 100°C.

Das erhaltene Material weist folgende Kennwerte auf:

scheinbare Dichte 0,26 g/cm<sup>3</sup>

Gasdurchlässigkeit 550 cm<sup>2</sup>/atm. s.

Beispiel 11. Die Mischung für die Herstellung von offenporigen Material weist folgende Zusammensetzung auf:

Acrylnitrilbutadienstyrolcopolymer mit einem Schmelzindex von 20 g/10 min (Pulver mit einer Teilchengröße von 40 bis 160  $\mu$ m)  
100 Gewichtsteile

Kaliumhydrogenkarbonat mit einer Teilchengröße von 80 bis 160  $\mu$ m 300 Gewichtsteile

Äthylenglykol 15 Gewichtsteile

Tetrachlorkohlenstoff 15 Gewichtsteile.

Die Komponenten bringt man in einen 2-Schaufelmischer ein und verrührt während 0,5 Stunden. Die bereitete Mischung preßt man auf einer hydraulischen Presse bei einem Druck von 200 kp/cm<sup>2</sup> während 3 Minuten zu Tabletten von 100 mm Durchmesser und 10 mm Dicke. Die erhaltenen Tabletten bringt man in den Zwischenelektrodenraum des Hochfrequenzstromgenerators (Arbeitsfrequenz des Generators 13,5 MHz, Schwingleistung 40 kW) ein,



- 30 -  
32

wo die Wärmebehandlung der Tabletten während 5 Minuten durchgeführt wird (Durchwärmungsgeschwindigkeit  $40^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ).

Die durch Wärme behandelten Tabletten bringt man in eine Wanne mit siedendem Wasser ein, wo sie von dem Kaliumhydrogenkarbonat gewaschen werden. Die Beendigung des Waschens wird nach der neutralen Reaktion auf Kaliumhydrogenkarbonat im Waschwasser festgestellt. Dann trocknet man die porigen Tabletten bei einer Temperatur von 90 bis  $100^{\circ}\text{C}$ .

Das erhaltene Material weist folgende Kennwerte auf:

Scheinbare Dichte  $0,29 \text{ g}/\text{cm}^3$

Gasdurchlässigkeit  $550 \text{ cm}^2/\text{atm. s.}$

Beispiel 12. Die Mischung für die Herstellung von offenporigem Material weist folgende Zusammensetzung auf:

Polyäthylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex von  $0,05 \text{ g}/10 \text{ min}$  .... 100 Gewichtsteile

Glycerin 4 Gewichtsteile

Aceton 1 Gewichtsteil.

Die Komponenten bringt man in einen 2-Schaufelmischer ein und verührt während 0,5 Stunden. Die bereitete Mischung preßt man auf einer hydraulischen Presse bei einem Druck von  $150 \text{ kp}/\text{cm}^2$  während 2 Minuten zu Tabletten von 100 mm Durchmesser und 2 mm Dicke. Die erhaltenen Tabletten bringt man in das Glycerinbad des Thermostaten, wo man ihre Wärmebehandlung bei einer Temperatur von  $174$  bis  $176^{\circ}\text{C}$  während 3 Minuten durchführt (Durchwärmungsgeschwindigkeit  $60^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ). Die Tabletten nimmt

- 31 -  
33

man aus dem Thermostaten heraus und bringt in eine Wanne mit siedendem Wasser ein, wo sie von dem Glycerin während 10 Minuten gewaschen werden. Dann trocknet man die Tabletten bei einer Temperatur von 90 bis 100°C.

Das erhaltene Material weist folgende Kennwerte auf:

Gesamtporigkeit	38 bis 40%
Porengröße	3 bis 6 $\mu\text{m}$
Gasdurchlässigkeit	31 bis 42 $\text{cm}^2/\text{atm.s}$
Zugfestigkeit	65 bis 90 $\text{kp/cm}^2$ .

Beispiel 13. Die Mischung für die Herstellung von offenporigem Material weist folgende Zusammensetzung auf:

Polyäthylen hoher Dichte mit einem Schmelzindex von 0,05  
g/10 min 100 Gewichtsteile  
Kaliumhydrogenkarbonat mit einer Teilchengröße von 60 bis  
100  $\mu\text{m}$  200 Gewichtsteile  
Glycerin 5 Gewichtsteile.

Die Komponenten bringt man in einen 2-Schaufelmischer ein und verrührt während 0,5 Stunden. Die bereitete Mischung preßt man auf einer Tablettenmaschine, die einen Preßdruck von 150  $\text{kp/cm}^2$  gewährleistet, zu Tabletten von 8 mm Durchmesser und 2 mm Dicke. Die erhaltenen Tabletten bringt man in das Glycerinbad des Thermostaten ein, wo man die Wärmebehandlung bei einer Temperatur von 170 bis 172°C während 2 Minuten durchführt (Durchwärmungsgeschwindigkeit 75°C/min).

Die Tabletten nimmt man aus dem Thermostaten heraus und

2657943

- 32 -

34

bringt in eine Wanne mit siedendem Wasser ein, wo sie von dem Glycerin und dem Kaliumhydrogenkarbonat gewaschen werden. Die Beendigung des Waschens kontrolliert man nach der neutralen Reaktion auf Kaliumhydrogenkarbonat im Waschwasser. Dann trocknet man die Tabletten bei einer Temperatur von 90 bis 100°C.

Das erhaltene Material weist folgende Kennwerte auf:

scheinbare Dichte 0,33 bis 0,35 g/cm<sup>3</sup>

Gesamtporigkeit 48 bis 50%.

809825/0533